Zur Ausführung der Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.

Von G. Czeczetka.

(Vorgelegt in der Sitzung am 8. Jänner 1885.)

Die Stickstoffbestimmung ist eine so oft vorkommende Arbeit, dass dem Arzte, Landwirthe, Gährungstechniker, Sanitätsbeamten etc. die Kenntniss eines rasch fördernden und verlässliche Resultate liefernden Verfahrens Bedürfniss ist.

Neuerer Zeit hat Kjeldahl sein ganz eigenthümliches Verfahren zur Bestimmung des Stickstoffes veröffentlicht und fast allgemein wendet man es an, denn es gestattet bei gleicher Genauigkeit und Richtigkeit der Resultate mit viel einfacheren Mitteln als bisher und in kürzerer Zeit die Analyse durchzuführen.

Bekanntlich löset Kjeldahl die zu analysirende Substanz in starker reiner Schwefelsäure und oxydirt diese Lösung mittelst Kaliumpermanganat.

Das Gelingen der Arbeit hängt dabei von der richtigen Ausführung der Oxydation ab, aber gerade diese bereitet einige Schwierigkeiten. Bringt man nach Kjeldahl's Vorschrift das trockene Kaliumpermanganatpulver noch so vorsichtig und in kleinen Mengen in die zu oxydirende Lösung, so ist die Reaction doch immer eine sehr heftige, und abgesehen von der nicht entsprechenden geringen Sauberkeit dieser Operation, kann durch Verspritzung die ganze Arbeit vereitelt werden.

Diesem Übelstande habe ich vollständig dadurch abgeholfen, dass ich nicht Kaliumpermanganatpulver, sondern eine gesättigte Lösung dieses Präparates in reiner starker Schwefelsäure verwende, welche man langsam durch ein Trichterchen mit langem Rohre in die zu oxydirende Lösung fliessen lässt.

Hierbei muss man aber dafür sorgen, dass die Permanganat lösung nicht auf die Oberfläche der zu oxydirenden Flüssigkeit

sondern in dieselbe fliesse, weil sonst die Oxydation auch störend heftig erfolgen würde.

Um beim Zusammengiessen der Natronlauge mit der oxydirten Lösung im Destillirkolben jeden Ammoniakverlust zu meiden, giesst man die überschüssige Lauge nicht bei offenem Destillirkolben zu, sondern erst dann, wenn der Destillirkolben dicht verschlossen und mit dem Kühler verbunden worden ist, zu welchem Zwecke im Pfropfe des Destillirkolbens ausser dem Ammoniakableitungsrohre auch ein Welter'scher Sicherheitstrichter eingefügt ist, dessen Rohrende in die Flüssigkeit im Kolben taucht.

Zum Austitriren der im Überschusse vorgeschlagenen ein Zehntel Normalschwefelsäure wendet man fast allgemein ein Zehntel Normalnatron oder Kali an und benützt entweder Lackmustinktur oder Lackmuspapier als Indicator.

Viel besser bewährt sich jedoch Phenolphtalein in alkoholischer Lösung, wovon ein Tropfen vollkommen hinreicht. Beim geringsten Überschusse an Natron färbt sich die bishin nur weisslich opalisirende Flüssigkeit prachtvoll rubinroth, wodurch die Bestimmung nicht nur an Sicherheit gewinnt, sondern auch bei jedem Lichte gleich gut ausführbar ist.

Von der Kaliumpermanganatlösung bereitet man nur so wenig, als man während eines Tages verbraucht, da sie nicht beständig ist.
